






Process for preparing transparent casting resins.






Patent number: EP0039017
Publication date: 1981-11-04
Inventor: REEH ULRIKE; DENK HANS DR
Applicant: SIEMENS AG (DE)
Classification:
- **international:** C08G59/42; C08G59/24; C08G59/68
- **europaean:** H01L33/00B2D; C08G59/42; C08G59/42Y; C08G59/68G
Application number: EP19810102961 19810416
Priority number(s): DE19803016103 19800425

Also published as:

 US4365052 (A1)
 JP56167724 (A)
 GB2074579 (A)
 EP0039017 (A3)
 DE3016103 (A1)

more >>

Cited documents:

 US3340212
 DE2642465
 US3689444
 CH546806
 DE2254487

more >>

Abstract not available for EP0039017

Abstract of corresponding document: **US4365052**

The invention relates to a method for the manufacture of transparent casting resins. According to the invention, a liquid acid anhydride (b) is admixed to a premixture (a), which is liquid at room temperature, of zinc octoate, a low-molecular weight acid ester and, optionally, an organic phosphite, and this mixture of (a) and (b) is added, preferably at temperatures ≤ 50 DEG C., to liquid aromatic diglycidyl ethers. Diphenyldecyl phosphite is particularly well suited as an organic phosphite. The casting resins obtained are transparent and find use particularly for casting-in and encapsulating opto-electronic components such as light-emitting diodes (and diode displays), photo diodes and photo transistors.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 81102961.0

51 Int. Cl.³: **C 08 G 59/42**
C 08 G 59/24, C 08 G 59/68

22 Anmeldetag: 16.04.81

30 Priorität: 25.04.80 DE 3016103

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
04.11.81 Patentblatt 81/44

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE FR IT LI NL

71 Anmelder: **SIEMENS AKTIENGESELLSCHAFT Berlin**
und München
Postfach 22 02 61
D-8000 München 22(DE)

72 Erfinder: **Reeh, Ulrike**
Hollerstrasse 7a
D-8000 München 50(DE)

72 Erfinder: **Denk, Hans, Dr.**
Hauserstrasse 38
D-8035 Gauting(DE)

54 **Verfahren zur Herstellung transparenter Giessharze.**

57 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung transparenter Gießharze. Erfindungsgemäß wird einem bei Raumtemperatur flüssigen Vorgemisch (a) aus Zinkoctoat, einem niedermolekularen sauren Ester und gegebenenfalls einem organischen Phosphit ein flüssiges Säureanhydrid (b) zugemischt und diese Mischung aus (a) und (b) vorzugsweise bei Temperaturen $\leq 50^{\circ}\text{C}$ zu flüssigen aromatischen Diglycidyläther gegeben. Diphenyldecylphosphit ist besonders geeignet. Die erhaltenen Gießharze sind transparent und finden besonders zum Verguß und Abdecken von optoelektronischen Bauelementen wie Lumineszenzdioden (-Displays), Fotodioden und Fototransistoren Verwendung.

EP 0 039 017 A2

SIEMENS AKTIENGESELLSCHAFT
Berlin und München

Unser Zeichen
VPA 80 P 7 0 4 7 E

5 Verfahren zur Herstellung transparenter Gießharze

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung transparenter Gießharze, hergestellt aus aromatischen Diglycidyläthern, Carbonsäureanhydriden, Metallsalzen
10 von Carbonsäuren und Hilfs- und Zusatzstoffen. Die Massen eignen sich besonders für den Verguß von optoelektronischen Bauelementen.

Es ist bekannt für die Abdeckung bzw. Umhüllung elektronischer Bauelemente säureanhydridhärtbare Epoxidgießharze aus Basis von Bisphenol A (DE-OS 1 589 264) einzusetzen. Nachteil der bekannten Epoxidharzmassen auf Bisphenol A/Säureanhydridbasis, die unter Verwendung von üblichen Reaktionsbeschleunigern wie
20 tertiäre Aminen, BF_3 -Aminkomplexen oder anderen aminhaltigen Verbindungen hergestellt werden, ist die relativ lange Härtezeit bis zur Entformung der damit vergossenen Bauelemente. Andererseits führen diese aminhaltigen Beschleuniger bei Temperaturen über
25 80°C in kurzer Zeit zur Vergilbung der sich bildenden Formstoffe.

Es sind ferner Gießharzmassen zum Verguß von optoelektronischen Bauelementen auf Basis säureanhydridhärter Cycloaliphaten bekannt (DE-OS 2 642 465).
30

Diese weisen zwar die oben bei aromatischen Diglycidylätherharzen erwähnten Nachteile nicht auf, sie sind aber in ihren mechanischen Eigenschaften wesentlich
35 schlechter. So zeigen sie eine niedrigere Schlag-

-2- VPA 80 P 7 0 4 7 E

zähigkeit und Biegefestigkeit sowie eine mangelhafte Haftung auf Substraten. Diese Sprödigkeit wirkt sich besonders nachteilig auf die Temperaturschockbeanspruchung, Zug-, Schlag- und Druckeinwirkung ver-

5 gossener optoelektronischer Bauelemente aus. Bei einigen optoelektronischen Bauelementen bewirken derartig harte Formstoffe durch Erzeugung mechanischer Spannung z.B. auf empfindliche Chips Funktionsbeeinträchtigungen.

10

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde,

1. Gießharzmassen herzustellen, die bei Raumtemperatur über längere Zeit verarbeitbar sind und bei erhöhter Temperatur schnell härten,
- 15 2. daraus mechanisch hochwertige Formstoffe mit guter Haftung zu erzeugen, die im Temperaturanwendungsbereich optoelektronischer Bauelemente mindestens 1/2 Jahr bei 120°C keine wesentliche Verminderung der Lichtdurchlässigkeit durch Vergilbung bzw. Verfärbung aufweisen.

20

Diese Aufgabe wurde erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man zu einem bei Raumtemperatur flüssigen Vorge-

25 sauren Ester und gegebenenfalls einem organischen Phosphit flüssiges Säureanhydrid (b) zumischt und diese Mischung aus (a) und (b) zu flüssigen aromatischen Diglycidyläthern zugibt.

- 30 Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß bei Raumtemperatur flüssige Gießharzvorgemische aufbereitet werden und auch ihre Verarbeitung bei Raumtemperatur erfolgen kann. Aus diesen Gründen ist die Aufbereitung der Gießharzmasse aus
- 35 den Gießharzvorgemischen (Überführen in die Vorrats-

-3- VPA 80 P 70 47 E

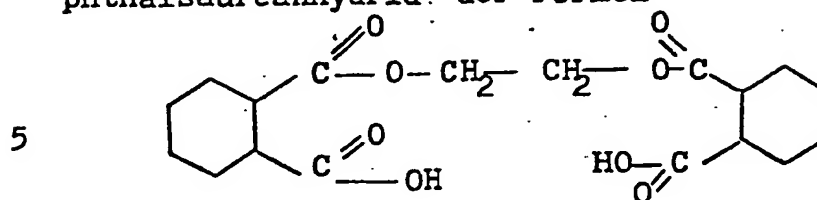
behälter, Dosieren und Mischen) und ihre Verarbeitung (Portionieren und Vergießen) mit einfachen technischen Maßnahmen durchführbar. Die lange Gebrauchsdauer der flüssigen Reaktionsharzmischung ist besonders vorteilhaft für die Erzeugung einer gleichmäßig guten Qualität der Bauelemente, weil keine wesentliche Änderung der Viskosität während der Verarbeitung erfolgt. Andererseits bringt die schnelle Härtung bei erhöhter Temperatur wegen der kurzen Zeit bis zur Entformung für die Herstellung vergossener Bauelemente in großen Stückzahlen große wirtschaftliche Vorteile, insbesondere durch kurze Formbelegungszeiten.

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens werden Zinkoctoat und Diphenyldecylphosphit mit einem flüssigen niedermolekularen sauren Ester gemischt. In diese Mischung wird der bei 80°C aufgeschmolzene Härter Hexahydrophthalsäureanhydrid eingerührt. Nach dem Abkühlen erhält man ein bei Raumtemperatur dünnflüssiges Gemisch (ca. 200 mPs). Diese angegebene Reihenfolge ist einzuhalten, da sonst keine klare, haltbare Lösung erhalten wird.

Überraschenderweise zeigte sich, daß das in der DE-OS 2 642 465 verwendete Härter-Beschleuniger-Gemisch, bestehend aus Hexahydrophthalsäureanhydrid, Hexahydrophthalsäuremonoäthylester, Diphenyldecylphosphit und Zinkoctoat auch bei Verwendung von Diglycidyläthern des Bisphenol A bzw. Bisphenol F bzw. deren Mischungen als Harzbasis Gießharzmassen mit schneller Härtung und Gießharzformstoffe mit sehr guter Wärmestabilität und zusätzlich guten mechanischen Eigenschaften liefert. Weitere als Lösungsvermittler für Zinkoctoat wirkende saure Ester können auch andere kurzkettige saure Ester, erhalten aus Glykolen und Säureanhydriden z.B. herge-

-4- VPA 80 P 7 0 4 7 E

stellt aus 1 Mol Äthylenglykol und 2 Mol Hexahydrophthalsäureanhydrid der Formel



verwendet werden. Während übliche Beschleunigungsmittel
 10 für die Härtung von aromatischen Diglycidyläthern wie
 tertiäre Amine, BF_3 -Aminkomplexe, Formstoffe liefern,
 die bei Wärmealterung leicht vergilben, erhält man
 bei Verwendung von Zinkoctoat als Beschleuniger Form-
 stoffe, die bei Temperaturen bis 120°C ihre Transparenz
 15 mindestens über 1/2 Jahr beibehalten.

Dies ist umso erstaunlicher, als bisher allgemein
 die Meinung vorherrschte, daß man derartige Licht-
 echtheiten nicht erreichen könne, sobald größere An-
 20 teile konjugierter Aromatensysteme enthalten sind.

Ein für die Durchführung des erfindungsgemäßen Ver-
 fahrens besonders geeigneter Härter ist Hexahydro-
 phthalsäureanhydrid (FP = 65°C). Mit anderen bei
 25 Raumtemperatur flüssigen Säureanhydriden wie Methyl-
 hexahydrophthalsäureanhydrid oder Methylnadicanhydrid
 oder eutektischen Gemischen anderer Säureanhydride,
 die bei Raumtemperatur flüssig sind, tritt bei Lagerung
 leicht eine Gelbfärbung des Vorgemisches ein.

30

Als besonders geeignetes organisches Phosphit hat sich
 Diphenyldecylphosphit erwiesen. Es wirkt als Oxidations-
 stabilisator und ist bei Raumtemperatur problemlos in
 einer Mischung aus Zinkoctoat und saurem Ester löslich.

-5- VPA 80 P 7 0 4 7 E

Geeignete flüssige aromatische Diglycidyläther sind solche auf der Basis von Bisphenol A und Bisphenol F und deren Mischungen.

- 5 Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltenen Vergußmassen können zum Abdecken oder Umhüllen von optoelektronischen Bauelementen wie z.B. Lumineszenzdioden, Fotodioden, Fototransistoren und zum Verguß von Lumineszenzdioden-Displays verwendet werden.

10

Die Erfindung wird anhand von folgenden Beispielen näher erläutert:

Beispiel 1

15

Herstellung des Vorgemisches Komponente A:

- 100 Gewichtsteile des Diglycidyläthers des Bisphenols A mit einem Wert von $0,57 \pm 0,01$ Mol/100 g werden auf 60°C aufgewärmt und bei dieser Temperatur 0,00015 Gewichtsteile des optischen Aufhellers Waxoline violett A [®] eingerührt. Vor dem Zusammenmischen mit Komponente B wird die Mischung auf Raumtemperatur abgekühlt.

- Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente B:
- 25 16 Gewichtsteile des sauren Esters, Hexahydrophthalsäuremonoäthylester (falls er kristallisiert ist, wird er bei $35-40^{\circ}\text{C}$ aufgeschmolzen) werden mit 6 Gewichtsteilen Zinkoctoat und 7 Gewichtsteilen Diphenyldecylphosphit bei Raumtemperatur homogen vermischt. In
- 30 diese Mischung werden 71 Gewichtsteile des bei 80°C aufgeschmolzenen Härters Hexahydrophthalsäureanhydrid eingerührt. Diese Mischung wird auf Raumtemperatur abgekühlt.

-6- VPA 80 P 7 0 4 7 E

Herstellen der reaktiven Gießharzmasse:

100 Gewichtsteile der Komponente A werden mit 100 Gewichtsteilen der Komponente B bei Raumtemperatur homogen vermischt und gegebenenfalls entlüftet.

5

Diese gebrauchsfertige reaktive Harzmischung weist eine sehr lange Gebrauchsdauer auf und zeigt nach 8 Stunden bei Raumtemperatur so gut wie keine Erhöhung der Fließviskosität.

10

Eigenschaftswerte der Gießharzmasse und des Formstoffes sind aus der Tabelle ersichtlich.

Beispiel 2

15

Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente A:

100 Gewichtsteile des Diglycidyläthers des Bisphenols F mit einem Epoxidwert von $0,60 \pm 0,01$ Mol/100 g werden auf 60°C aufgewärmt und bei dieser Temperatur 0,00015

20 Gewichtsteile des optischen Aufhellers Waxoline violett eingearbeitet. Vor dem Zusammenmischen mit Komponente B wird die Mischung auf Raumtemperatur abgekühlt.

Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente B:

25 17 Gewichtsteile des sauren Esters, Hexahydrophthalsäuremonoäthylester (falls er kristallisiert ist, wird er bei $35-40^{\circ}\text{C}$ aufgeschmolzen) werden 6 Gewichtsteile Zinkoctoat und 7 Gewichtsteile Diphenyldecylphosphit bei Raumtemperatur homogen vermischt. In diese Mischung
30 werden 75 Gewichtsteile des bei 80°C aufgeschmolzenen Härters Hexahydrophthalsäureanhydrid eingebracht. Diese Mischung wird auf Raumtemperatur abgekühlt.

Herstellung der reaktiven Gießharzmasse:

35 100 Gewichtsteile der Komponente A werden mit 105 Ge-

-7- VPA 80 P 7 0 4 7 E

wichtsteilen der Komponente B bei Raumtemperatur homogen vermischt und gegebenenfalls entlüftet.

5 Diese gebrauchsfertige reaktive Harzmischung weist eine sehr lange Gebrauchsdauer auf und zeigt nach 8 Stunden bei Raumtemperatur so gut wie keine Erhöhung der Fließviskosität.

10 Eigenschaftswerte der Gießharzmasse und des Formstoffes siehe Tabelle.

Beispiel 3

Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente A:
15 100 Gewichtsteile des Diglycidyläthers des Bisphenols A mit einem Epoxidwert von $0,57 \pm 0,01$ Mol/100 g werden auf 60°C aufgewärmt und bei dieser Temperatur 0,00015 Gewichtsteile des optischen Aufhellers Waxoline violett A[®] eingerührt. Vor dem Zusammenmischen mit
20 Komponente B wird diese Mischung auf Raumtemperatur abgekühlt.

Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente B :
15 Gewichtsteile des sauren Esters, hergestellt aus
25 1 Mol Äthylenglykol und 2 Mol Hexahydrophthalsäureanhydrid (der kristallisierte Ester wird bei 100°C aufgeschmolzen) werden mit 6 Gewichtsteilen Zinkoctoat und 7 Gewichtsteilen Diphenyldecylphosphit bei $40-60^{\circ}\text{C}$ homogen vermischt. In diese Mischung werden 72 Gewichts-
30 teile des bei 80°C aufgeschmolzenen Härters Hexahydrophthalsäureanhydrid eingerührt. Diese Mischung wird auf Raumtemperatur abgekühlt.

Herstellung der reaktiven Gießharzmasse:

35 100 Gewichtsteile der Komponente A werden mit 100 Ge-

-8- VPA 80 P 7 0 4 7 E

wichtsteilen der Komponente B bei Raumtemperatur
homogen vermischt und gegebenenfalls entlüftet.

- Diese gebrauchsfertige reaktive Harzmischung weist
5 eine sehr lange Gebrauchsdauer auf und zeigt nach
8 Stunden bei Raumtemperatur so gut wie keine Er-
höhung der Fließviskosität.

Eigenschaftswerte der Gießharzmasse und des Form-
10 stoffes sind aus der Tabelle ersichtlich.

Beispiel 4

Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente A:

15 100 Gewichtsteile des Diglycidyläthers des Bisphenols A
mit einem Epoxidwert von $0,57 \pm 0,01$ Mol/100 g werden
bei 60°C aufgewärmt und bei dieser Temperatur
0,00015 Gewichtsteile des optischen Aufhellers Waxoline
violett A eingerührt. Vor dem Zusammenmischen mit
20 Komponente B wird diese Mischung auf Raumtemperatur
abgekühlt.

Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente B:

11 Gewichtsteile des sauren Esters, hergestellt aus
25 1 Mol 1,2-Propandiol und 2 Mol Hexahydrophthalsäure-
anhydrid (der kristallisierte Ester wird bei 100-120°C
aufgeschmolzen) werden mit 6 Gewichtsteilen Zinkoctoat
und 7 Gewichtsteilen Diphenyldecylphosphit bei 60-80°C
homogen vermischt. In diese Mischung werden 76 Gewichts-
30 teile des bei 80°C aufgeschmolzenen Härters Hexahydro-
phthalsäureanhydrid eingerührt. Diese Mischung wird auf
Raumtemperatur abgekühlt.

Herstellen der reaktiven Gießharzmasse:

35 100 Gewichtsteile der Komponente A werden mit 100 Ge-

-9- VPA 80 P 7 0 4 7 E

wichtsteilen der Komponente B homogen vermischt und gegebenenfalls entlüftet.

5 Diese gebrauchsfertige reaktive Harzmischung weist eine sehr lange Gebrauchsdauer auf und zeigt nach 8 Stunden Lagerung bei Raumtemperatur so gut wie keine Erhöhung der Fließviskosität.

10 Eigenschaftswerte der Gießharzmasse und des Formstoffes sind aus der Tabelle ersichtlich.

Beispiel 5

Herstellung des Vorgemisches Komponente A:

15 100 Gewichtsteile des Diglycidyläthers des Bisphenols A mit einem Epoxidwert von $0,57 \pm 0,01$ Mol/100 g werden auf 60°C aufgewärmt und bei dieser Temperatur 0,00015 Gewichtsteile des optischen Aufhellers Waxoline violett A[®] eingerührt. Vor dem Zusammenmischen mit Komponente
20 B wird die Mischung auf Raumtemperatur abgekühlt.

Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente B:

16 Gewichtsteile des sauren Esters, Hexahydrophthalsäuremonoäthylester (falls er kristallisiert ist, wird
25 er bei $35-40^{\circ}\text{C}$ aufgeschmolzen) werden mit 6 Gewichtsteilen Zinkoctoat bei Raumtemperatur homogen vermischt. In diese Mischung werden 71 Gewichtsteile des bei
80 $^{\circ}\text{C}$ aufgeschmolzenen Härters Hexahydrophthalsäureanhydrid eingerührt. Diese Mischung wird auf Raumtempe-
30 ratur abgekühlt.

Herstellen der reaktiven Gießharzmasse:

100 Gewichtsteile der Komponente A werden mit 93 Gewichtsteilen der Komponente B bei Raumtemperatur
35 homogen vermischt und gegebenenfalls entlüftet.

Die gebrauchsfertige reaktive Harzmischung weist eine sehr lange Gebrauchsdauer auf und zeigt nach 8 Stunden bei Raumtemperatur so gut wie keine Erhöhung der Fließviskosität.

5

Eigenschaftswerte der Gießharzmasse und des Formstoffes sind aus der Tabelle ersichtlich.

Die in der folgenden Tabelle angegebenen Daten sind
10 den Verhältnissen entnommen, die man beim Verguß von Lumineszenzdioden der 5 mm Bauform, vergossen in Stahlformen, erhält. Hierbei wurde die Mischung bei Raumtemperatur hergestellt, das Harz in die auf 150°C aufgeheizten Stahlkavitäten eindosiert und nach 5
15 bis 7 Minuten entformt. Die volle Aushärtung erfolgte als Schüttgut 4 Stunden bei 150°C.

Martenstemperatur, Biegefestigkeit, Schlagzähigkeit und Biegewinkel wurden parallel zum Bauelementeverguß an Normstäben bzw. Dynstattproben ermittelt.
20

Beispiel 6

Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente A:
25 100 Gewichtsteile des Diglycidyläthers des Bisphenols A mit einem Epoxidwert von $0,57 \pm 0,01$ Mol/100 g werden auf 60°C aufgewärmt und bei dieser Temperatur 0,00015 Gewichtsteile des optischen Aufhellers Waxoline violett A^R eingerührt. Vor dem Zusammenmischen mit Komponente B wird diese Mischung auf Raumtemperatur abgekühlt.

- Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente B:
- 18 Gewichtsteile des sauren Esters, hergestellt aus
1 Mol 3-Methylpentandiol -1,5 und 2 Mol Hexahydrophthal-
säureanhydrid (der Ester wird bei 80°C aufgeschmolzen)
5 werden mit 6 Gewichtsteilen Zinkoctoat und 7 Gewichts-
teilen Diphenyldecylphosphit bei 60°C gemischt. In
diese Mischung werden 72 Gewichtsteile des bei 80°C
aufgeschmolzenen Härters Hexahydrophthalsäureanhydrid
eingerührt. Zur besseren Durchmischung wird diese
10 Mischung auf 40 + 5°C gehalten.

- Herstellung der Gießharzmasse:
- 100 Gewichtsteile der Komponente A werden mit 103 Ge-
wichtsteilen der Komponente B (40 + 5°C) homogen ver-
15 mischt und gegebenenfalls entlüftet.

Beispiel 7

- Gießharzvorgemisch Komponente A:
- 20 Diglycidyläther des Bisphenols A mit einem Epoxidwert
von $0,57 \pm 0,01$ Mol/100.

- Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente B:
- 19 Gewichtsteile des sauren Esters, hergestellt aus
25 1 Mol 3-Methylpentandiol -1,5 und 2 Mol Methylhexa-
hydrophthalsäureanhydrid (der Ester wird bei 90°C
aufgeschmolzen) werden mit 6 Gewichtsteilen Zinkoctoat
und 7 Gewichtsteilen Diphenyldecylphosphit bei 60°C
gemischt. In diese Mischung werden 79 Gewichtsteile des
30 bei Raumtemperatur flüssigen Härters Methylhexa-
hydrophthalsäureanhydrid beigemischt. Zur besseren
Durchmischung wird diese Mischung auf 40 + 5°C gehalten.

Herstellung der Gießharzmasse:

100 Gewichtsteile der Komponente A werden mit 111 Gewichtsteilen der Komponente B ($40 + 5^{\circ}\text{C}$) homogen vermischt und gegebenenfalls entlüftet.

5

Beispiel 8

Gießharzvorgemisch Komponente A:

10 Diglycidyläther des Bisphenol A mit einem Epoxidwert von $0,57 \pm 0,01 \text{ Mol/100 g}$.

Herstellung des Gießharzvorgemisches Komponente B:

15 43 Gewichtsteile des sauren Esters, hergestellt aus 1 Mol Rizinusöl und 3 Mol Hexahydrophthalsäureanhydrid werden mit 6 Gewichtsteilen Zinkoctoat und 7 Gewichtsteilen Diphenyldecylphosphit bei 60°C gemischt. In diese Mischung werden 72 Gewichtsteile des bei 80°C aufgeschmolzenen Härters Hexahydrophthalsäureanhydrid eingerührt. Diese Mischung wird zur besseren Durch-

20 mischung auf $40 + 5^{\circ}\text{C}$ gehalten.

Herstellung der Gießharzmasse:

100 Gewichtsteile der Komponente A werden mit 128 Gewichtsteilen der Komponente B ($40 + 5^{\circ}\text{C}$) homogen ver-

25 mischt und gegebenenfalls entlüftet.

Gießharz	Gelierzzeit bei 150°	Martens- temp. °C	Biegefestig- keit N/mm ²	Schlagzähig- keit Nmm/mm ²	Biegewinkel < > = ohne Bruch
Beispiel 1:	2'10''	84	141	12	<21°
Beispiel 2:	2'00''	75	146	15	<22°
Beispiel 3:	2'05''	84	138	12	<21°
Beispiel 4:	2'00''	100	141	12	<19°
Beispiel 5:	2'10''	86	138	11	<19°
Beispiel 6:	2'00''	84	147	10	<26°
Beispiel 7:	1'55''	91	147	9	<25°
Beispiel 8:	1'55''	55	130	10	<24°

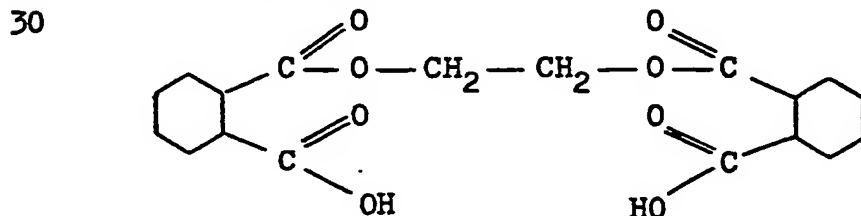
Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung transparenter Gießharze, insbesondere für optoelektronische Bauelemente, hergestellt aus aromatischen Diglycidyläthern, Carbonsäureanhydriden, Metallsalzen von Carbonsäuren und Hilfs- und Zusatzstoffen, d a d u r c h g e k e n n - z e i c h n e t , daß man zu einem bei Raumtemperatur flüssigen Vorgemisch (a) aus Zinkoctoat, einem niedermolekularen sauren Ester und gegebenenfalls einem organischen Phosphit flüssiges Säureanhydrid (b) zumischt und diese Mischung aus (a) und (b) zu flüssigen aromatischen Diglycidyläthern zugibt.

2. Verfahren zur Herstellung transparenter Gießharze nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n - z e i c h n e t , daß man die Mischung aus (a) und (b) bei Temperaturen $\leq 50^{\circ}\text{C}$ zu flüssigen aromatischen Diglycidyläthern zugibt.

3. Verfahren zur Herstellung transparenter Gießharze nach Anspruch 1 und 2, d a d u r c h g e k e n n - z e i c h n e t , daß man als organisches Phosphit Diphenyldecylphosphit verwendet.

4. Verfahren zur Herstellung transparenter Gießharze nach Anspruch 1 bis 3, d a d u r c h g e k e n n - z e i c h n e t , daß man einen niedermolekularen sauren Ester der Formel



35 verwendet.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.